

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7609886号
(P7609886)

(45)発行日 令和7年1月7日(2025.1.7)

(24)登録日 令和6年12月23日(2024.12.23)

(51)国際特許分類 F I
A 2 4 B 15/26 (2006.01) A 2 4 B 15/26

請求項の数 21 (全24頁)

(21)出願番号	特願2022-561882(P2022-561882)	(73)特許権者	000004569 日本たばこ産業株式会社 東京都港区虎ノ門四丁目1番1号
(86)(22)出願日	令和3年11月5日(2021.11.5)	(74)代理人	100118902 弁理士 山本 修
(86)国際出願番号	PCT/JP2021/040838	(74)代理人	100106208 弁理士 宮前 徹
(87)国際公開番号	WO2022/102544	(74)代理人	100196508 弁理士 松尾 淳一
(87)国際公開日	令和4年5月19日(2022.5.19)	(74)代理人	100129311 弁理士 新井 規之
審査請求日	令和5年5月12日(2023.5.12)	(72)発明者	千田 正浩 東京都墨田区横川一丁目17番7号 日 本たばこ産業株式会社内
(31)優先権主張番号	特願2020-189330(P2020-189330)	(72)発明者	水谷 雅史
(32)優先日	令和2年11月13日(2020.11.13)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 センプラトリエンジオールを含むたばこ抽出物およびその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

(1)以下の工程：

たばこ原料の膨化処理で得た排出固形物を準備する工程1、
前記排出固形物を、非プロトン性溶媒を用いた固液抽出に供する工程2、および
工程2から有機相を回収する工程3、

を備える方法で製造されたセンプラトリエンジオールを含むたばこ抽出物と、

(2)エアロゾル生成基材と、

を含むたばこ用香味剤を備える、

たばこシートまたはたばこ刻の形態であるたばこ材料。

【請求項2】

前記排出固形物が、超臨界二酸化炭素を用いて膨化処理を行い、たばこ成分を含有する
超臨界二酸化炭素から二酸化炭素を分離した際に得られた排出固形物である、請求項1に
記載のたばこ材料。

【請求項3】

前記エアロゾル生成基材が、たばこ材料の全重量に対して、5～50重量%である、請
求項1または2に記載のたばこ材料。

【請求項4】

以下の工程：

たばこ原料の膨化処理で得た排出固形物を準備する工程1、

10

20

前記排出固形物を、非プロトン性溶媒を用いた固液抽出に供する工程 2、および工程 2 から有機相を回収する工程 3 を備える方法で製造されたセンブラトリエンジオールを含むたばこ抽出物を含むたばこ用香味剤を備える、多糖類を含む多糖類シート。

【請求項 5】

前記排出固形物が、超臨界二酸化炭素を用いて膨化処理を行い、たばこ成分を含有する超臨界二酸化炭素から二酸化炭素を分離した際に得られた排出固形物である、請求項 4 に記載の多糖類シート。

【請求項 6】

前記たばこ用香味剤の含有量が多糖類シートに対して 10 重量%以上である請求項 4 または 5 に記載の多糖類シート。

【請求項 7】

以下の工程：

多糖類と水とを混合し、これを加熱して多糖類の水溶液を調製する工程、および当該水溶液に香料と乳化剤を加えて混練および乳化させる工程、
を備える方法で調製された多糖類シートに、前記たばこ抽出物を含有させて製造された、請求項 4 または 5 に記載の多糖類シート。

【請求項 8】

前記多糖類が、寒天である請求項 4 ~ 7 のいずれかに記載の多糖類シート。

【請求項 9】

前記寒天の含有量が、前記多糖類シート中、10 ~ 50 重量%である、請求項 8 に記載の多糖類シート。

【請求項 10】

前記多糖類シートに対して 35 ~ 80 重量%の前記たばこ用香味剤を含む、請求項 4 ~ 9 のいずれかに記載の多糖類シート。

【請求項 11】

前記多糖類シートが、糖、糖アルコール、およびこれらの組合せからなる群より選択される糖類化合物を含む、請求項 4 ~ 10 のいずれかに記載の多糖類シート。

【請求項 12】

前記糖がグルコース、スクロース、フルクトース、キシロース、ガラクトース、マンノース、マルトース、トレハロース、ラクトース、ラフィノース、およびこれらの組合せからなる群より選択される、請求項 11 に記載の多糖類シート。

【請求項 13】

前記糖アルコールが、糖のカルボニル基を水酸基に還元して得られるアルコールである、請求項 11 または 12 に記載の多糖類シート。

【請求項 14】

前記アルコールがソルビトールである請求項 13 に記載の多糖類シート。

【請求項 15】

前記糖および糖アルコールの含有量が、前記寒天に対して 10 重量%以上である、請求項 8 を引用する請求項 11 ~ 14 のいずれかに記載の多糖類シート。

【請求項 16】

前記多糖類シートが乳化剤を含む、請求項 11 ~ 15 のいずれかに記載の多糖類シート。

【請求項 17】

前記乳化剤の含有量が、寒天の重量に対して、0.5 ~ 10 重量%である、請求項 8 を引用する請求項 16 に記載の多糖類シート。

【請求項 18】

請求項 1 ~ 17 に記載のたばこ材料または多糖類シートを含むたばこロッド部。

【請求項 19】

請求項 18 のたばこロッド部を含む、たばこ香味吸引物品。

10

20

30

40

50

【請求項 20】

請求項 19 のたばこロッド部を含む、非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品または非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品。

【請求項 21】

請求項 1 ~ 17 に記載のたばこ材料または多糖類シートを含む無煙たばこ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、センブラトリエンジオールを含むたばこ抽出物およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

センブラノイドはたばこ植物表皮にある腺毛から分泌される二次代謝物であり、生体制御の様々な生理活性を示す成分である。センブラノイドの中でも主要な成分はセンブラトリエンジオール (CBT) であり、たばこ植物の特徴的な香気と相関があることから、香気品質の発現に重要な成分として着目されてきた。その成分含有量は他のたばこ植物葉面樹脂成分において報告される所謂センブラノイド類 89 化合物の中で最も多く分泌される成分である (非特許文献 1)。CBT は、毛状突起浸出物中にみられる単環式ジテルペノイド類である。異性体が存在し - CBT および - CBT が知られている。この CBT は、他のセンブラノイドと同様に発癌抑制剤として着目され (特許文献 1、2、非特許文献 2)、例えばたばこ葉から単離されたセンブラトリエンジオール (CBT) は高い抗腫瘍剤として着目されている (特許文献 5)。

【0003】

一般に CBT は次のようにして得ることが知られている。例えば、ヘキサン、エーテル、クロロホルム、ジクロロメタン、メタノール、エタノールなどの有機溶媒を用いて、たばこ植物の生葉または乾燥たばこ葉から、葉面樹脂成分を浸漬抽出する。この葉面樹脂成分を濃縮後、例えばシリカゲルを用いたクロマトグラフィーによって単離生成される (特許文献 3、4、非特許文献 3)。また、様々な抽出方法が報告されている (非特許文献 4、特許文献 5)。しかしながら、CBT の有効利用の拡大を考えるとたばこ葉から得られる精製品の総量は非常に少なく、例えば特許文献 5 には乾燥たばこ葉 10 kg から 6 g の - CBT、2 g の - CBT が得られたことが記載されている。

【0004】

また、目的とする成分の特徴を生かし液化炭酸ガスまたは超臨界炭酸ガスを用いた方法が多く検討されてきた (特許文献 6、7)。一方で、シガレット用原料の一つとして液化炭酸ガスで膨化した原料が検討されてきたが、そのプロセスは上述の炭酸ガスを用いた抽出の工程と非常に近似する。そこで、膨化プロセスの一部を応用した方法が検討されている (特許文献 8)。特許文献 8 は、たばこ原料に超臨界状態の二酸化炭素を接触させ、この二酸化炭素にたばこ成分を溶解させ、二酸化炭素に溶解したたばこ成分から脂溶性部分を分離して回収する、CBT などのたばこ香気成分を得る方法を開示する。これらの方法では、気化された二酸化炭素に溶解する成分が着目され、気体とたばこ成分の分離のために別途、気液分離器を設ける必要があった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】米国特許第 7 9 7 7 3 8 4 号明細書

【文献】米国特許出願第 2 0 0 5 / 0 2 5 0 7 5 号明細書

【文献】米国特許第 4 7 0 1 5 7 0 号明細書

【文献】米国特許出願第 2 0 1 3 / 0 0 1 4 7 7 1 号明細書

【文献】中国特許公開公報 1 0 4 0 0 0 3 0 2 A

【文献】国際公開 2 0 0 7 / 0 2 9 2 6 4

【文献】英国特許第 G B 2 1 7 3 9 8 5 号明細書

10

20

30

40

50

【文献】国際公開 2007/119790

【非特許文献】

【0006】

【文献】Yan, N.; Du, Y.; Liu, X.; Zhang, H.; Liu, Y.; Zhang, P.; Gong, D.; Zhang, Z. Chemical structures, biosynthesis, bioactivities, biocatalysis and semisynthesis of tobacco cembranoids: An overview. *Ind. Crop. Prod.* 2016, 83, pp66-80.

【文献】高柳久男、発癌抑制作用を有するセンブラノイド Sarcophytol A の全合成、1995 年 53 巻 8 号 p. 724-736

【文献】Y. Saito et. al., Identification of cembratriene-4,6-diol as antitumor-promoting agent from cigarette smoke condensate. *Carcinogenesis* 6:1189-1194 (1985)

10

【文献】I. Weini, et. al., Application of response surface method to optimize purification of tobacco stem extract by molecular distillation[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2019, 52(2): 79-87.

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

従来の方法では、たばこ原料から、簡便な方法で効率よくセンブラトリエンジオール (C B T) を含む抽出物を得ることは容易ではなく、当該抽出物を含むたばこ材料を製造することも現実的ではなかった。そこで本発明は、たばこ原料の膨化処理で得た排出固形物から製造された C B T を含む抽出物を含有するたばこ材料を提供することを課題とする。

20

【課題を解決するための手段】

【0008】

発明者らは、たばこ原料の膨化処理において二酸化炭素ガスの分離と同時に排出されるたばこ葉中骨や固形状の抽出物を含む廃棄物を原料とすることで、前記課題が解決できることを見出した。すなわち、前記課題は以下の本発明によって解決される。

態様 1

(1) 以下の工程：

たばこ原料の膨化処理で得た排出固形物を準備する工程 1、

前記排出固形物を、非プロトン性溶媒を用いた固液抽出に供する工程 2、および

工程 2 から有機相を回収する工程 3、

を備える方法で製造されたセンブラトリエンジオールを含むたばこ抽出物と、

(2) エアロゾル生成基材と、

を含むたばこ用香味剤を備える、

たばこシートまたはたばこ刻の形態であるたばこ材料。

態様 2

前記エアロゾル生成基材が、たばこ材料の全重量に対して、5 ~ 50 重量%である、態様 1 に記載のたばこ材料。

態様 3

以下の工程：

たばこ原料の膨化処理で得た排出固形物を準備する工程 1、

前記排出固形物を、非プロトン性溶媒を用いた固液抽出に供する工程 2、および

工程 2 から有機相を回収する工程 3

を備える方法で製造されたセンブラトリエンジオールを含むたばこ抽出物を含むたばこ用香味剤を備える、

多糖類シート。

態様 4

前記たばこ用香味剤の含有量が多糖類シートに対して 10 重量%以上である態様 3 に記載の多糖類シート。

態様 5

30

40

50

以下の工程：

多糖類と水とを混合し、これを加熱して多糖類の水溶液を調製する工程、および当該水溶液に香料と乳化剤を加えて混練および乳化させる工程、を備える方法で調製された多糖類シートに、前記たばこ抽出物を含有させて製造された、態様 3 または 4 に記載の多糖類シート。

態様 6

前記多糖類が、寒天である態様 3 ~ 5 のいずれかに記載の多糖類シート。

態様 7

前記寒天の含有量が、前記多糖類シート中、10% ~ 50 重量%である、態様 3 ~ 6 のいずれかに記載の多糖類シート。

10

態様 8

前記多糖類シートに対して 35 ~ 80 重量%の前記たばこ用香味剤を含む、態様 3 ~ 7 のいずれかに記載の多糖類シート。

態様 9

前記多糖類シートが、糖、糖アルコール、およびこれらの組合せからなる群より選択される糖類化合物を含む、態様 3 ~ 8 のいずれかに記載の多糖類シート。

態様 10

前記糖がグルコース、スクロース、フルクトース、キシロース、ガラクトース、マンノース、マルトース、トレハロース、ラクトース、ラフィノース、およびこれらの組合せからなる群より選択される、態様 9 に記載の多糖類シート。

20

態様 11

前記糖アルコールが、糖のカルボニル基を水酸基に還元して得られるアルコールである、態様 9 または 10 に記載の多糖類シート。

態様 12

前記アルコールがソルビトールである態様 11 に記載の多糖類シート。

態様 13

前記糖および糖アルコールの含有量が、前記寒天に対して 10 重量%以上である、態様 9 ~ 12 のいずれかに記載の多糖類シート。

態様 14

前記多糖類シートが乳化剤を含む、態様 9 ~ 13 のいずれかに記載の多糖類シート。

30

態様 15

前記乳化剤の含有量が、寒天の重量に対して、0.5 ~ 10 重量%である、態様 9 ~ 14 のいずれかに記載の多糖類シート。

態様 16

態様 1 ~ 15 に記載のたばこ材料または多糖類シートを含むたばこロッド部。

態様 17

態様 16 のたばこロッド部を含む、たばこ香味吸引物品。

態様 18

態様 17 のたばこロッド部を含む、非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品または非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品。

40

態様 19

態様 1 ~ 15 に記載のたばこ材料または多糖類シートを含む無煙たばこ。

【発明の効果】

【0009】

本発明により、簡便な方法で効率よく C B T を含むたばこ抽出物を製造する方法を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図 1】実施例 2 で得た n - ヘキサン溶液の G C / M S によるトータルイオンクロマトグラムである。

50

【図 2】実施例 2 で得たクロロホルム溶液の G C / M S によるトータルイオンクロマトグラムである。

【図 3】実施例 2 で得た酢酸エチル溶液の G C / M S によるトータルイオンクロマトグラムである。

【図 4】比較例 2 で得たアセトン溶液の G C / M S によるトータルイオンクロマトグラムである。

【図 5】比較例 2 で得たメタノール溶液の G C / M S によるトータルイオンクロマトグラムである。

【図 6】実施例 3 で得た n - ヘキサン溶液の G C / M S によるトータルイオンクロマトグラムである。

10

【図 7】実施例 4 においてカラムクロマトグラフィーで分画した n - ヘキサン / 酢酸エチル 50 : 50 溶出物から得られた乾固物の酢酸エチル溶液 (濃度 4 重量%) の G C / M S によるトータルイオンクロマトグラムである。

【図 8】実施例 4 においてカラムクロマトグラフィーで分画した n - ヘキサン / 酢酸エチル 40 : 60 の溶出物から得られた乾固物の酢酸エチル溶液 (濃度 4 重量%) の G C / M S によるトータルイオンクロマトグラムである。

【図 9】実施例 4 においてカラムクロマトグラフィーで分画した n - ヘキサン単一溶媒での溶出物から得られた乾固物の酢酸エチル溶液 (濃度 4 重量%) の G C / M S によるトータルイオンクロマトグラムである。

【図 10】実施例 5 において分取高速液体カラムクロマトグラフィーで - C B T および - C B T を分画したクロマトグラムである。

20

【図 11】非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品の一態様を示す図である。

【図 12】非燃焼加熱型たばこ香味吸引システムの一態様を示す図である。

【図 13】非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品の一態様を示す図である。

【図 14】たばこカプセルの一態様を示す図である。

【図 15】電源ユニットの一態様を示す図である。

【図 16】カートリッジの一態様の断面図である。

【図 17】カートリッジの一態様の内部構造を示す図である。

【図 18】膨化処理工程の概要を説明する図である。

【発明を実施するための形態】

30

【0011】

以下、本発明を詳細に説明する。本発明において「X ~ Y」はその端値である X および Y を含む。

1. 製造方法

本発明の製造方法は、たばこ原料の膨化処理工程で得た排出固形物を準備する工程 1、前記排出固形物を、非プロトン性溶媒を用いた抽出に供する工程 2、および工程 2 から有機相を回収する工程 3 を備える。

【0012】

(1) 工程 1

本工程では、たばこ原料の膨化処理工程で得た排出固形物を準備する。膨化処理とは、たばこ原料に液体を含浸させ、その液体を急激に気化させてたばこ材料の嵩を増加させる処理をいう (図 18 参照)。本発明においては、公知の膨化処理で排出される排出固形物を使用できる。たばこ原料とは、たばこ葉、熟成済みたばこ葉、たばこ刻、またはたばこ粉末等である。たばこ葉とは、収穫されたたばこの葉が、熟成を経る前のものの総称である。熟成の一態様にはキュアリングが含まれる。たばこ刻は、熟成済たばこ葉等が、所定の大きさに刻まれたものである。本発明においては、特許文献 8 に記載のような超臨界二酸化炭素を用いて膨化処理を行い、たばこ成分を含有する超臨界二酸化炭素から二酸化炭素を分離した際に得られる、固形の脂溶性成分を前記排出固形物として使用することが好ましい。超臨界二酸化炭素を用いた膨化処理からの排出固形物は、多くの C B T を含んでいるからである。また、膨化処理工程は、初期に、原料たばこ葉をスレッシングおよび裁

40

50

刻する工程を含むので、その際に少量の切損刻としてたばこ細粉や中骨がたばこ原料に混入する。当該原料を膨化処理に供すると、膨化後に軽質の膨化刻と重質の中骨および未膨化刻が二酸化炭素ガスと共に排出されて、排出固形物となる。よって、排出固形物は、前述の固形の脂溶性成分であり、または膨化刻、中骨および未膨化刻の固形物であり、あるいはこれらの混合物である。

【0013】

(2) 工程2

本工程では、排出固形物を、非プロトン性溶媒を用いた固液抽出に供する。非プロトン性溶媒とは、解離するプロトンをも有さないため水に溶けない溶媒である。非プロトン性溶媒としては、炭化水素；ジクロロメタン、クロロホルム等のハロゲン化炭化水素；酢酸エチル、炭酸プロピレン等のエステル；アセトン等のケトン；アセトニトリル等のニトリルが挙げられる。中でも、後の工程で除去しやすいとの観点からは、沸点が70以下であるものが好ましく、具体的には、非水溶性有機溶媒である炭素数が5または6である炭化水素（ヘプタン、ヘキサン等）がより好ましい。目的とするCBTは、非プロトン性溶媒（有機相）に移行する。非プロトン性溶媒は、その極性によって低極性溶媒と中極性溶媒に分類できる。一態様において、非プロトン性中極性溶媒はオクタノール/水分配比率（ K_{ow} ）を用いて、 $\log K_{ow}$ が2以下の正の値を示す溶媒として定義され、非プロトン性低極性溶媒は $\log K_{ow}$ が2を超え4以下の値を示す溶媒として定義される。本発明においては非プロトン性低極性溶媒が好ましい。炭素数が5または6である炭化水素は非プロトン性低極性溶媒である。 K_{ow} とは、オクタノールと水の2相システムにおいて、対象とする化合物（溶媒）のオクタノール相に溶解している濃度と、水に溶解している濃度の比として定義される。 K_{ow} は室温で測定される。

K_{ow} = オクタノール相の濃度 / 水相の濃度

【0014】

一態様において、本発明に使用される溶媒は、以下に例示するように分類される。

【0015】

【表1】

カテゴリー	化合物	log Kow	極性
プロトン性	プロピレングリコール	-1.4	高極性
	メタノール	-0.77	
	エタノール	-0.24	
	アセトン	-0.24	
非プロトン性	酢酸エチル	0.73	中極性
	ジエチルエーテル	0.89	
	ベンジルアルコール	1.1	
	クミルアルコール※	1.95	
	クロロホルム	1.97	
	ベンゼン	2.13	無極性
ヘキサン	3.9		

出典：www.chem.ucla.edu/~bacher/General/30BL/tips/solvent.html

※出典：MSDS

【0016】

本工程においては、排出固形物を、非プロトン性溶媒と水または酸水溶液を用いた抽出に供してもよい。水によって排出固形物中のニコチンを水相に移行させることができるか

らである。酸によって排出固形物中のニコチンを塩の形態として水相に移行させることができるので、水は酸を含むこと、すなわち酸水溶液であることが好ましい。当該酸として、無機酸または有機酸を使用できるが、ニコチン塩の安定性等の観点から、硫酸、クエン酸、またはシュウ酸であることが好ましい。酸水溶液のpHは好ましくは4以下であり、より好ましくは3以下である。pHが4を超えると、ニコチンの抽出が十分でない場合がある。pHの下限は限定されないが、好ましくは2以上である。本工程を実施する温度は限定されないが、好ましくは10～35、より好ましくは20～30である。本工程は、排出固形物を、非プロトン性溶媒を用いた固液抽出に供し、固液抽出で得た有機相を、水または酸水溶液を用いた液液抽出に供することが好ましい。固液抽出後、不溶固形分をろ過等によって除去してもよい。

10

【0017】

(3) 工程3

本工程では、工程2で得た有機相を回収する。有機相とは前記固液抽出で得た有機相または前記液液抽出で得た有機相である。回収の方法は限定されず、例えば分液ロートを用いて実施できる。必要に応じて、非プロトン性溶媒を用いて水相を洗浄し、洗浄後の当該溶媒を、前記有機相に添加してもよい。このようにして、CBTを含むたばこ抽出物の溶液を得ることができる。当該溶液から非プロトン性溶媒を除去して、濃縮溶液としてもよいし、たばこ抽出物を単離してもよい。溶媒除去の方法は限定されず、例えばエバポレーターを用いることができる。

【0018】

20

(4) 精製工程

本発明の製造方法は、前記有機相を精製する工程を備えていてもよい。精製は、有機相または当該有機相から前記溶媒を除去して得たたばこ抽出物を、n-ヘキサン/酢酸エチル混合溶媒を移動相として用いた順相クロマトグラフィーに供して、n-ヘキサン/酢酸エチル=50:50画分とn-ヘキサン/酢酸エチル=40:60画分を取得することで実施できる(工程P1)。また、前記有機相または当該有機相から前記溶媒を除去して得たたばこ抽出物にメタノールまたはエタノールを加えて析出物を生成して当該析出物を除去した溶液を得ることで実施できる(工程P2)。さらに、工程P1で得た画分または工程P2で得た溶液を、n-ヘキサン/酢酸エチル=50:50画分と40:60画分とを、水/メタノールを移動相として用いた逆相クロマトグラフィーに供してもよい(工程P3)。これらの工程を経ることで、たばこ抽出物中のCBTの含有量を高めることができる。本発明においてCBTとは、 -CBT 、 -CBT 、またはその組合せをいう。

30

【0019】

2. たばこ抽出物

前記製造方法で得たたばこ抽出物(以下「本発明のたばこ抽出物」ともいう)はCBTを含む。CBTはたばこの香嗅味を与えるので、本発明のたばこ抽出物はたばこ用香味剤として有用である。さらに前記精製工程を経て得られたたばこ抽出物はCBTの含有量が、好ましくは90%以上、より好ましくは95%以上、さらに好ましくは99%以上であり、高い純度を有する。たばこ用香味剤は、一態様においてたばこ抽出物であり、別態様においてたばこ抽出物と他の成分を含む。

40

【0020】

3. たばこ材料

本発明のたばこ抽出物を含むたばこ用香味剤(以下「本発明のたばこ用香味剤」ともいう)は、たばこ材料への添加剤として有用である。たばこ材料としては、たばこシート、たばこ刻、巻紙、多糖類シート等が挙げられる。本発明のたばこ用香味剤が添加されたたばこ材料を「本発明のたばこ材料」ともいう。

(1) たばこシート

たばこシートは、熟成済たばこ葉などを含む組成物を、成形して得られるシートである。たばこシートに使用される熟成済たばこ葉は、特に限定されないが、例えば、除骨され、ラミナと中骨に分離されたものを挙げることができる。熟成済たばこ葉とは、キュアリ

50

ング等の処理および倉庫等での長期保管を経たたばこ葉をいう。本発明において「シート」とは、略平行な1対の主面と側面を有する材料をいう。たばこシートは、抄造法、キャスト法、圧延法等の公知の方法で成形することができる。このような方法で成形された各種たばこシートについては、「たばこの事典、たばこ総合研究センター、2009.3.31」に詳細が開示されている。たばこシートに本発明のたばこ用香味剤を添加する態様は限定されない。

【0021】

例えば、本発明のたばこ抽出物を溶媒に溶解して溶液状のたばこ用香味剤を調製して、これを完成したたばこシートに噴霧するまたは含浸させてもよいし、たばこシートを成形する際に本発明のたばこ用香味剤を添加してもよい。例えば、抄造法では、熟成済たばこ葉から水溶性成分を抽出して水抽出物と残渣に分離し、繊維化された残渣とパルプの混合物を抄紙し、抄紙したシートに水抽出物の濃縮液を添加する工程を経るが、水抽出物に本発明のたばこ用香味剤を添加することができる。キャスト法では、水とパルプとバインダーと熟成済たばこの粉碎物を混合して混合物とし、これをキャストする工程を経るが、この混合物に本発明のたばこ用香味剤を添加することができる。圧延法では、水とパルプとバインダーと熟成済たばこの粉碎物を混合して混合物とし、これを複数の圧延ローラーに投入して圧延する工程を経るが、この混合物に本発明のたばこ用香味剤を添加することができる。

10

【0022】

さらに、国際公開第2014/104078号に記載されているように、熟成済たばこの粉碎物とバインダーを混合して混合物とし、当該混合物を不織布によって挟み、当該積層物を熱溶着によって一定形状に成形することで、不織布状のたばこシートを得ることができる。この方法においては、前記混合物に本発明のたばこ用香味剤を添加することができる。

20

【0023】

たばこシートはエアロゾル生成基材を含んでいてもよい。エアロゾル生成基材の種類は、特に限定されず、用途に応じて種々の天然物からの抽出物質またはそれらの構成成分を選択することができる。エアロゾル生成基材の具体例としては、グリセリン、プロピレングリコール、ソルビトール、キシリトール、エリスリトール等の多価アルコール、トリアセチン、1,3-ブタンジオール、およびこれらの混合物を挙げることができる。エアロゾル生成基材の含有量は、たばこ製品で利用される形態により様々な量に調整することができる。例えば、たばこシートにエアロゾル生成基材が含まれる場合、その含有量は、良好な香味を得るという観点から、たばこシートの全重量に対して、通常5重量%以上であり、好ましくは10重量%以上であり、より好ましくは15重量%以上であり、また、通常50重量%以下であり、好ましくは40重量%以下であり、より好ましくは25重量%以下である。

30

【0024】

(2) たばこ刻

たばこ刻として、熟成済たばこ葉を所定の大きさに刻んだもの、前述のたばこシートを所定の大きさに刻んだもの、またはこれらを混合したものを挙げることができる。その大きさは限定されず、一例として、幅0.5~2.0mm、長さ3~10mmのものが挙げられる。このような大きさのたばこ刻は、後述する被充填物に充填する態様において好ましい。この他に、たばこ刻として、加工済たばこ葉を、幅を0.5~2.0mm、長さを前述のたばこ刻よりも長く、好ましくは巻紙と同程度の長さとなるように刻んだ、ストランドタイプ刻を挙げることができる。本発明のたばこ用香味剤は、たばこ刻に添加されてもよいし、裁刻前の原料に添加されてもよい。

40

【0025】

たばこ刻は前記エアロゾル生成基材を含んでいてもよい。たばこ刻中にエアロゾル生成基材が含まれる場合、その含有量は、十分な量のエアロゾルを生成させるとともに、良好な香味を得るという観点から、たばこ刻の重量に対して、通常5重量%以上であり、好ま

50

しくは10重量%以上であり、より好ましくは15重量%以上であり、また、通常50重量%以下であり、好ましくは40重量%以下であり、より好ましくは25重量%以下である。

【0026】

(3) 巻紙

本発明のたばこ用香味剤を、巻紙に噴霧、含浸させる等によって、当該たばこ用香味剤を含む巻紙を調製できる。巻紙としては、例えば、パルプが主成分のものを挙げることができる。パルプとしては、針葉樹パルプや広葉樹パルプなどの木材パルプで抄造される以外にも、亜麻パルプ、大麻パルプ、サイザル麻パルプ、エスパルトなど一般的にたばこ用品用の巻紙に使用される非木材パルプを混抄して製造して得たものでもよい。これらのパルプは、単独の種類で用いてもよく、複数の種類を任意の割合で組み合わせて用いてもよい。また、巻紙は一枚で構成されていてもよいが、複数枚以上で構成されていてもよい。巻紙は、たばこ刻み等のたばこ原料を巻装する態様で使用されてもよく、また、この巻装された部材を冷却部材やフィルター部材等の他の部材と共に巻装する材料(例えば、チップペーパー)として用いることもできる。パルプとしては、クラフト蒸解法、酸性・中性・アルカリ亜硫酸塩蒸解法、ソーダ塩蒸解法等による化学パルプ、グランドパルプ、ケミグランドパルプ、サーモメカニカルパルプ等を使用できる。

10

【0027】

(4) 多糖類シート

多糖類シートとは多糖類を主成分とするシートであり、本発明のたばこ用香味剤を多糖類シートに含有させることができる。本発明のたばこ用香味剤を含有する多糖類シートを用いた香味吸引物品は、十分な香味を放出させることができる。多糖類としては、カラギーナン、寒天、ゲランガム、タマリンドガム、サイリウムシードガム、コンニャクグルコマンナン、カラギーナン、ローカストビーンガム、グアーガム、寒天、キサンタンガム、ゲランガム、タマリンドガム、タラガム、コンニャクグルコマンナン、デンプン、カシアガム、およびサイリウムシードガム等が挙げられる。

20

【0028】

本発明のたばこ用香味剤を含有する多糖類シートは、燃烧型たばこ香味吸引物品および非燃烧型たばこ香味吸引物品に用いることができる。前者の態様においては、例えば特許5481574に開示されているような多糖類シートを用いることができる。本態様において、本発明のたばこ用香味剤の含有量は当該シートに対して好ましくは10重量%以上、より好ましくは18重量%以上、さらに好ましくは60重量%以上、特に好ましくは70重量%以上とできる。当該多糖類シートは、多糖類と水とを混合、加熱して多糖類の水溶液を調製し、当該水溶液に香料と乳化剤を加えて混練・乳化させる方法で調製できる。乳化剤としては公知のものを使用できる。

30

【0029】

後者の態様においては、PCT/JP2019/20136に記載されているような多糖類シートを用いることができる。本態様においては、多糖類として寒天を用いることが特に好ましい。寒天の含有量は、当該シートに対して好ましくは10~50重量%、より好ましくは15~45重量%である。また、当該多糖類シートにおける本発明のたばこ用香味剤の含有量は、当該シートに対して35~80重量%とすることができる。

40

【0030】

本態様においては、糖および糖アルコールからなる群より選択される糖類化合物を用いることが好ましい。「糖」としては、例えば、グルコース、スクロース、フルクトース、キシロース、ガラクトース、マンノース、マルトース、トレハロース、ラクトース、ラフィノースが挙げられる。「糖アルコール」としては、糖のカルボニル基を水酸基に還元して得られるアルコールであるソルビトールが挙げられる。当化合物の含有量は、寒天に対して、好ましくは10重量%以上、より好ましくは10~500重量%、さらに好ましくは10~300重量%、よりさらに好ましくは10~200重量%である。また、本態様においては乳化剤を用いることが好ましい。乳化剤としては公知のものを使用でき、その

50

含有量は寒天の重量に対して、好ましくは0.5～10重量%、より好ましくは1.0～8.0重量%である。

【0031】

本態様における多糖類シートは、寒天、糖類化合物、香料、および乳化剤を含む原料を水中で混練して原料スラリーを調製し、原料スラリーを基材上に伸展させ、乾燥させることにより製造することができる。

【0032】

4. たばこ香味吸引物品

本発明において、「香味吸引物品」とは使用者が香味を吸引するための物品をいう。香味吸引物品のうち、たばこまたはそのたばこに由来する成分を有するものを「たばこ香味吸引物品」という。たばこ香味吸引物品は、燃焼によって香味を発生させる「燃焼型たばこ香味吸引物品」（単に「喫煙物品」ともいう）、燃焼させずに香味を発生させる「非燃焼型たばこ香味吸引物品」に大別される。さらに、非燃焼型たばこ香味吸引物品は、加熱によって香味を発生させる「非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品」と、加熱せずに香味を発生させる「非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品」に大別される。本発明のたばこ用香味剤は、非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品または非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品に好適である。また、エアロゾルを発生させるためのデバイス（加熱装置または霧化装置等）と、非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品との組合せを、特に非燃焼加熱型たばこ香味吸引システムともいう。

【0033】

(1) 非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品

図11に非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品の一態様を示す。図に示すように、非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品20は、たばこロッド部20Aと、周上に穿孔を有する筒状の冷却部20Bと、フィルター部20Cと、を備える。非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品20は、これ以外の部材を有していてもよい。非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品20の軸方向の長さは限定されないが、40～90mmであることが好ましく、50～75mmであることがより好ましく、50～60mm以下であることがさらに好ましい。また、非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品20の周の長さは16～25mmであることが好ましく、20～24mmであることがより好ましく、21～23mmであることがさらに好ましい。例えば、たばこロッド部20Aの長さは20mm、冷却部20Bの長さは20mm、フィルター部20Cの長さは7mmである態様を挙げることができる。これら個々の部材長さは、製造適性、要求品質等に応じて、適宜変更できる。図11には、第1セグメント25を配置した態様を示すが、これを配置せずに、冷却部20Bの下流側に第2セグメント26のみを配置してもよい。

【0034】

1) たばこロッド部20A

たばこロッド部20Aには、たばこ充填物21として、本発明のたばこ用香味剤を含むたばこ刻またはたばこシートを用いることができる。たばこ充填物21を巻紙22内に充填する方法は特に限定されないが、例えばたばこ充填物21を巻紙22で包んでもよく、筒状の巻紙22内にたばこ充填物21を充填してもよい。たばこの形状が矩形状のように長手方向を有する場合、当該長手方向が巻紙22内でそれぞれ不特定の方向となるように充填されていてもよく、たばこロッド部20Aの軸方向に整列またはこれに直交する方向に整列させて充填されていてもよい。また、巻紙22として、前述の本発明のたばこ用香味剤を含む巻紙を用いることもできる。たばこロッド部20Aが加熱されることにより、たばこ充填物21に含まれるたばこ成分、エアロゾル生成基材および水が気化し、吸引に供される。

【0035】

2) 冷却部20B

冷却部20Bは筒状部材で構成されることが好ましい。筒状部材は例えば厚紙を円筒状に加工した紙管23であってもよい。また、冷却部20Bは、チャネルを形成するために

、しわ付けされ、次いでひだ付け、ギャザー付け、または折畳まれた薄い材料のシートによって形成されてもよい。このような材料として、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリエチレンテレフタレート、ポリ乳酸、酢酸セルロース、およびアルミニウム箔から構成される群から選択されたシート材料を用いることができる。冷却部20Bの全表面積は冷却効率を考慮して適宜調製されるが、例えば、300～1000mm²/mmとすることができる。冷却部20Bには、好ましくは穿孔24が設けられる。穿孔24の存在により、吸引時に外気が冷却部20B内に導入される。これにより、たばこロッド部20Aが加熱されることで生成したエアロゾル気化成分が外気と接触し、その温度が低下するため液化し、エアロゾルが形成される。穿孔24の径(差し渡し長さ)は特に限定されないが、例えば0.5～1.5mmであってもよい。穿孔24の数は特に限定されず、1つでも2つ以上でもよい。例えば穿孔24は冷却部20Bの周上に複数設けられていてもよい。

10

【0036】

冷却部20Bは、その軸方向の長さが例えば7～28mmのロッド形状とすることができる。例えば、冷却部20Bの軸方向の長さは18mmとすることができる。冷却部20Bは、その軸方向断面形状として実質的に円形であり、直径を5～10mmとすることができる。例えば、冷却部の直径は、約7mmとすることができる。

【0037】

3) フィルター部20C

フィルター部20Cの構成は特に限定されないが、単数または複数の充填層から構成されてよい。充填層の外側は一枚または複数枚の巻紙で巻装されてよい。フィルター部20Cの通気抵抗は、フィルター部20Cに充填される充填物の量、材料等により適宜変更することができる。例えば、充填物が酢酸セルロース繊維である場合、フィルター部20Cに充填される酢酸セルロース繊維の量を増加させれば、通気抵抗を増加させることができる。充填物が酢酸セルロース繊維である場合、酢酸セルロース繊維の充填密度は0.13～0.18g/cm³であることができる。前記通気抵抗は通気抵抗測定器(商品名:SODIMAX、SODIM製)により測定される値である。

20

【0038】

フィルター部20Cの周の長さは特に限定されないが、16～25mmであることが好ましく、20～24mmであることがより好ましく、21～23mmであることがさらに好ましい。フィルター部20Cの軸方向(図11の水平方向)の長さは4～10mmで選択可能であり、その通気抵抗が15～60mmH₂O/segとなるように選択される。フィルター部20Cの軸方向の長さは5～9mmが好ましく、6～8mmがより好ましい。フィルター部20Cの断面の形状は特に限定されないが、例えば円形、楕円形、多角形等であることができる。またフィルター部20Cには香料を含んだ破壊性カプセル、香料ビーズ、香料を直接添加していてもよい。

30

【0039】

フィルター部20Cは第1セグメント25としてセンターホール部を備えていてもよい。センターホール部は1つまたは複数の中空部を有する第1充填層25aと、当該充填層を覆うインナーブラグラッパー(内側巻紙)25bとで構成される。センターホール部は、マウスピース部の強度を高める機能を有する。センターホール部はインナーブラグラッパー25bを持たず、熱成型によってその形が保たれていてもよい。フィルター部20Cは第2セグメント26を備えていてもよい。第2セグメント26は第2充填層26aと当該充填層を覆うインナーブラグラッパー(内側巻紙)26bとで構成される。第2充填層26bは、例えば酢酸セルロース繊維が高密度で充填されトリアセチンを含む可塑剤が酢酸セルロース重量に対して、6～20重量%添加されて硬化された内径5.0～1.0mmのロッドとすることができる。第2充填層は繊維の充填密度が高いため、吸引時は、空気やエアロゾルは中空部のみを流れることになり、第2充填層内はほとんど流れない。センターホールセグメント内部の第二の充填層が繊維充填層であることから、使用時の外側からの触り心地は、使用者に違和感を生じさせることが少ない。

40

50

【 0 0 4 0 】

第1充填層25_aと第2充填層26_aとはアウタープラグラッパー（外側巻紙）27で接続されている。アウタープラグラッパー27は、例えば円筒状の紙であることができる。また、たばこロッド部20Aと、冷却部20Bと、接続済みの第1充填層25_aと第2充填層26_aとは、マウスピースライニングペーパー28により接続されている。これらの接続は、例えばマウスピースライニングペーパー28の内側面に酢酸ビニル系糊等の糊を塗り、前記3つの部材を巻くことで接続することができる。これらの部材は複数のライニングペーパーで複数回に分けて接続されていてもよい。

【 0 0 4 1 】

4) 非燃焼加熱型たばこ香味吸引システム

非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品とエアロゾルを発生させるための加熱デバイスとの組合せを、特に非燃焼加熱型たばこ香味吸引システムともいう。当該システムの一例を図12に示す。図中、非燃焼加熱型たばこ香味吸引システムは、非燃焼加熱型たばこ香味吸引物品20と、たばこロッド部20Aを外側から加熱する加熱デバイス10とを備える。

【 0 0 4 2 】

加熱デバイス10は、ボディ11と、ヒーター12と、金属管13と、電池ユニット14と、制御ユニット15とを備える。ボディ11は筒状の凹部16を有し、これに挿入されるたばこロッド部20Aと対応する位置に、ヒーター12と金属管13が配置されている。ヒーター12は電気抵抗によるヒーターであることができ、温度制御を行う制御ユニット15からの指示により電池ユニット14より電力が供給され、ヒーター12の加熱が行われる。ヒーター12から発せられた熱は、熱伝導度の高い金属管13を通じてたばこロッド部20Aへ伝えられる。当該図には、加熱デバイス10はたばこロッド部20Aを外側から加熱する態様を示したが、内側から加熱するものであってもよい。加熱デバイス10による加熱温度は特に限定されないが、400以下であることが好ましく、150~400であることがより好ましく、200~350であることがさらに好ましい。加熱温度とは加熱デバイス10のヒーターの温度を示す。

【 0 0 4 3 】

(3) 非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品

図13は、非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品の一態様を示す。非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品30は、電源ユニット30Dと、カートリッジ30Eと、たばこカプセル30Fとを有する。非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品30は、非吸口端u（上流）から吸口端d（下流）へ向かって延びる形状を有する。カートリッジ30Eは、電源ユニット30Dに対して着脱可能である。また、たばこカプセル30Fは、カートリッジ30Eに対して着脱可能である。

【 0 0 4 4 】

1) たばこカプセル

図14はたばこカプセル30Fの一例を示す。図に示すように、たばこカプセル30Fは、たばこロッド部であり、香味源300を内部に有する。香味源300は、本発明のたばこ用香味剤を含むたばこ材料（本発明のたばこ材料）を含む。たばこカプセル30Fは、カートリッジ30Eに接続される。具体的には、たばこカプセル30Fの一部は、カートリッジ30E内に収容される。

【 0 0 4 5 】

たばこカプセル30Fは、香味源300を収容する収容体310と、メッシュ体320と、不織布330と、キャップ340とを有する。後述する霧化部220によって霧化されたエアロゾルは、メッシュ体320を通じて収容体310内に導入され、香味源300に接触することでエアロゾルに香味が付与される。その後、エアロゾルは不織布330を通じて使用者に吸引される。このように、非燃焼非加熱型たばこ香味吸引物品30では、香味源300を加熱せずにエアロゾルに香味を付与できる。また、香味源300からは実質的にエアロゾルは発生しない。

【 0 0 4 6 】

10

20

30

40

50

エアロゾルの流れ方向において、たばこカプセル30F（収容体310）の長さは40mm以下であることが好ましく、25mm以下であることがより好ましい。また、エアロゾルの流れ方向において、前記長さは1mm以上であることが好ましく、5mm以上であることがより好ましい。エアロゾルの流れ方向と直交する方向において、たばこカプセル30F（収容体310）の収容体310の最大長さは20mm以下であることが好ましく、10mm以下であることがより好ましい。また、エアロゾルの流れ方向と直交する方向において、たばこカプセル30F（収容体310）の最大長さは1mm以上であることが好ましく、3mm以上であることがより好ましい。

【0047】

たばこを含む香味源300は、エアロゾルに香味を付与する原料片によって構成される。原料片のサイズの下限は、0.2~1.2mmであることが好ましく、0.2~0.7mmであることがより好ましい。香味源300を構成する原料片のサイズが小さいほど、比表面積が増大するため、香気成分が放出されやすい。香味源300を構成する原料片としては、本発明のたばこ材料である刻みたばこ、または本発明のたばこ原料を粒状に成形した成形体等を用いることができる。香味源300は、たばこ以外の植物（例えば、ミント、ハーブ等）やメントールなどの香料を含んでいてもよい。さらに、たばこを含む香味源300は呈味料を含んでいてもよい。呈味料としては、例えば、甘味、酸味、塩味、旨味、苦味、渋味、こく味、辛味、えぐ味、収れん味などを呈する素材が挙げられる。甘味を呈する素材は、例えば、糖類、糖アルコール、甘味料などが挙げられる。糖類は、例えば、単糖類、二糖類、オリゴ糖、多糖類などが挙げられる。甘味料は、例えば、天然甘味料、合成甘味料などが挙げられる。

【0048】

前記原料片は、例えば、JIS Z 8801に準拠したステンレス篩を用いて、JIS Z 8815に準拠する篩分けによって得られる。例えば、0.71mmの目開きを有するステンレス篩を用いて、乾燥式かつ機械式振とう法によって20分間に亘って原料片を篩分けによって、0.71mmの目開きを有するステンレス篩を通過する原料片を得る。続いて、0.212mmの目開きを有するステンレス篩を用いて、乾燥式かつ機械式振とう法によって20分間に亘って原料片を篩分けによって、0.212mmの目開きを有するステンレス篩を通過する原料片を取り除く。すなわち、香味源300を構成する原料片は、上限を規定するステンレス篩（目開き=0.71mm）を通過し、下限を規定するステンレス篩（目開き=0.212mm）を通過しない原料片である。したがって、香味源300を構成する原料片のサイズの下限は、下限を規定するステンレス篩の目開きによって定義される。また、香味源300を構成する原料片のサイズの上限は、上限を規定するステンレス篩の目開きによって定義される。

【0049】

収容体310に収容される香味源300の充填量は、喫煙時のニコチンの揮散量を増加させる観点から、300mg以上であることが好ましく、350mg以上であることがより好ましい。

【0050】

2) 電源ユニット

電源ユニット30Dの一例を図15に示す。電源ユニット30Dは、電池110を有する。電池110は、使い捨てタイプの電池であってもよく、充電タイプの電池であってもよい。電池110の出力電圧の初期値は、1.2V以上4.2V以下の範囲であることが好ましい。また、電池110の電池容量は、100mAh以上1000mAh以下の範囲であることが好ましい。

【0051】

3) カートリッジ

カートリッジ30Eの一例を図16、17に示す。図16はカートリッジ30Eの一例の断面図を、図17はその内部構造を示す図である。カートリッジ30Eは、リザーバ210と、霧化部220と、流路形成体230と、外枠体240と、エンドキャップ250

とを有する。カートリッジ 30 E は、エアロゾル流路として、霧化部 220 よりも下流側に配置された第 1 流路 200 X を有する。

【0052】

リザーバ 210 は、エアロゾル源 200 を貯留する。リザーバ 210 は、エアロゾルの流れ方向（非吸口端から吸口端（上流から下流）へ向かう方向）に直交する断面において流路形成体 230 の周囲に位置する。リザーバ 210 は、流路形成体 230 と外枠体 240 との間の空隙内に位置する。リザーバ 210 は、例えば、樹脂ウェブや綿等の多孔体によって構成される。また、リザーバ 210 は、液体のエアロゾル源 200 を収容するタンクによって構成されていてもよい。エアロゾル源 200 としては、例えばグリセリン、プロピレングリコール等が挙げられる。

10

【0053】

霧化部 220 は、電池 110 から供給される電力によって燃焼を伴わずにエアロゾル源 200 を霧化する。霧化部 220 は、所定ピッチで巻き回された電熱線（コイル）によって構成されている。霧化部 220 は、1.0 ~ 3.0 の範囲の抵抗値を有する電熱線によって構成されていることが好ましい。所定ピッチは、電熱線が接触しない値以上であり、またより小さい値であることが好ましい。所定ピッチは、例えば、0.40 mm 以下であることが好ましい。所定ピッチは、エアロゾル源 200 の霧化を安定させるために一定であることが好ましい。所定ピッチとは、互いに隣接する電熱線の中心の間隔である。

【0054】

流路形成体 230 は、エアロゾルの流れ方向に沿って延びる第 1 流路 200 X を形成する筒状形状を有する。外枠体 240 は、流路形成体 230 を収容する筒状形状を有する。外枠体 240 は、エンドキャップ 250 よりも下流側に延びるとともに、たばこカプセル 30 F の一部を収容する。エンドキャップ 250 は、流路形成体 230 と外枠体 240 との間の空隙を下流側から塞ぐキャップである。エンドキャップ 250 は、リザーバ 210 に貯留されるエアロゾル源 200 がたばこカプセル 30 E 側に漏れる事態を抑制する。

20

【0055】

5. 無煙たばこ

無煙たばこは、香味源を含み、香味源に由来する香味を、ユーザが鼻腔や口腔に直接製品を含むことにより味わう製品である。無煙たばこに含まれる香味源として、本発明のたばこ材料を用いることができる。無煙たばことして、嗅ぎたばこや噛みたばこが知られている。

30

【実施例】

【0056】

[実施例 1]

超臨界二酸化炭素を用いたたばこ原料の膨化処理工程から得られる排出固形物を準備した。具体的には、図 18 に示すような処理を行い、たばこ原料を超臨界状態の二酸化炭素に含浸し、ドライアイス状態のたばこ原料を取り出し、次いで一気に気流乾燥して二酸化炭素を除去した。その際に排出される高温二酸化炭素ガス（Tail gas）と二酸化炭素から分離されたヤニ状の成分と刻細粉が固まった排出固形物（Dust）を排出固形物として得た。当該排出固形物を 150 g 秤量し、2500 ml 容の密閉ステンレス容器に投入した。次に酢酸エチル（富士フィルム和光純薬 高速液体クロマトグラフ用）を 1500 ml 加えた後、40 の温浴中で密閉攪拌しながら 3 時間抽出した。抽出後、目開き 250 μm のステンレス製メッシュを用いて酢酸エチル溶液と抽出残渣を分離したところ約 1300 ml の酢酸エチル溶液を得た。予め 0.1% 硫酸水溶液（pH = 3）を調製し、当該 0.1% 硫酸水溶液と先に得られた酢酸エチル溶液を 5 : 3 の溶液比率で混合し、800 ml の混合液を得た。さらに食塩 50 g を添加して十分に分液ロート内で振とうし、液 - 液抽出操作を行った。このとき、下層の硫酸水溶液にはニコチンを主体とするたばこアルカロイド成分が移行し、上層の有機相にはたばこ葉の疎水性有効成分が移行した。十分な静置の後、有機相を取り出し、無水硫酸ナトリウムを約 50 g 加えて攪拌し、有機相内の脱水操作を行った。ろ紙濾過により不溶物を取り除いた。さらにロータリーエバポレーター（

40

50

日本ビュッヒ製)を用いて減圧下で酢酸エチルを取り除き、6.8 g (収率4.5%)の乾固物を得た。乾固物を抽出で用いた溶媒と同じ溶媒で溶解し、乾固物濃度が4重量%である溶液を調製した。本溶液を以下に示す条件でGC/MS分析した。

【0057】

質量分析計付きガスクロマトグラフィー (GC/MS)

装置：アジレント・テクノロジー製 7890A/5975C GC/MSD

GC条件

カラム：HP-5MS (アジレント・テクノロジー製)

内径0.25mm×長さ30m、膜厚0.25μm

注入量：1μl

注入モード：スプリット (10:1)

注入口温度：270

セプタムパージ流量：5ml/分

キャリアガス：ヘリウム (He)

カラム流量：1ml/分 (定流量モード)

オープン温度：40 (3分) 4 /分 280 (20分)

トランスファーライン温度：280

MS条件

溶媒待ち時間：4分

イオン化法：電子衝撃イオン化法 (EI法)、70eV

イオン源温度：230

四重極温度：150

測定モード：スキャン

MSスキャン範囲：m/z 26 ~ 450

スレッシュホールド：50

サンプリングレート：2

【0058】

[比較例1]

排出固形物の代わりに膨化前刻を用いた以外は、実施例1と同じ方法で5.4 g (収率3.6%)の乾固物を得て、実施例1と同じ条件で分析した。

【0059】

固形物および膨化前刻のGC/MSによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムから、CBTのMSパターンに含まれるシングルイオン (m/z 83) を抽出し、それぞれのピーク面積値を比較したところ、固形物のCBTピーク面積値は膨化前刻のものより約8倍大きいことが確認された。さらに、固形物 (膨化工程から排出される不要物) は、その有効活用CBTを抽出するサンプルとして適しているといえる。

【0060】

[実施例2、比較例2] 有機溶媒の検討

抽出工程で用いる有機溶媒として、以下を準備した。

実施例2：n-ヘキサン、クロロホルム、酢酸エチル

比較例2：アセトン、メタノール

100ml容のスクリー管を5本準備し、各スクリー管に、実施例1で使用したものと同一排出固形物約5gを量り取り、さらに各有機溶媒50mlを加えよく混合した後、常温で一昼夜静置した。混合液を濾紙ろ過し、ろ液に無水硫酸ナトリウムを少量添加し脱水後、再度濾紙ろ過を行い、有機溶媒を減圧除去した。得られた乾固物を抽出で用いた溶媒と同じ溶媒に溶解させて乾固物の濃度が4重量%である溶液を得た。これらの溶液を実施例1に示す条件でGC/MS分析した。

【0061】

n-ヘキサン、クロロホルム、酢酸エチル、アセトン、メタノール溶液のGC/MSによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムを図1~5に示した。図1~5のクロ

10

20

30

40

50

マトグラムより、*n*-ヘキサン、クロロホルム、または酢酸エチルで溶媒抽出した場合、C B T（保持時間 48.6 分）が固形物から抽出されていることが分かった。クロロホルムまたは酢酸エチルの抽出では、他の成分（保持時間 24 分以前）のピークが存在していることが確認された。所望の C B T を抽出できる 3 種の溶媒の中で、不要成分のピークを極力含まない *n*-ヘキサンが抽出溶媒として好ましいことが明らかとなった。アセトンまたはメタノールのような極性溶媒を用いて抽出工程を実施した場合、C B T は該固形物から殆ど抽出されないことが分かった。

【0062】

[実施例 3]

実施例 1 で用いたものと同じ排出固形物を 300 g 秤量し、2500 ml 容の密閉ステンレス容器に投入した。次に *n*-ヘキサン（富士フィルム和光純薬 高速液体クロマトグラフ用）を 1500 ml 加えた後、40 の温浴中で密閉攪拌しながら 3 時間抽出した。抽出後、目開き 250 μm のステンレス製メッシュを用いて *n*-ヘキサン溶液と抽出残渣を分離したところ約 1200 ml の *n*-ヘキサン溶液を得た。予め 0.1% 硫酸水溶液を調製し、0.1% 硫酸水溶液と先に得られた *n*-ヘキサン溶液を 5:3 の溶液比率で混合し、800 ml の混合液を得た。さらに食塩 50 g を添加して十分に分液ポート内で振とうし、液-液抽出操作を行った。この時、下層の硫酸水溶液にはニコチンを代表とするアルカロイド成分が移行し、上層の有機相にはたばこ葉の疎水性有効成分が移行した。十分な静置の後、有機相を取り出し、無水硫酸ナトリウムを約 50 g 加えて攪拌し、有機相内の脱水操作を行った。ろ紙濾過により不溶物を取り除いた。さらにロータリーエバポレーター（日本ビュッヒ製）を用いて減圧下で *n*-ヘキサンを取り除き、6.9 g の乾固物（収率 2.3%）を得た。乾固物を抽出で用いた溶媒と同じ溶媒で溶解し、乾固物濃度が 4 重量%である溶液を調製した。これを実施例 1 と同じ条件で GC/MS 分析した（図 6）。図 6 のクロマトグラムより、C B T（保持時間 48.6 分）の存在および液-液抽出操作によってニコチン（保持時間 24.6 分）を代表とするアルカロイド類が除去できることを確認した。

【0063】

[実施例 4]

実施例 3 で得たアルカロイド類を除去した C B T を含む乾固物について、順相カラムクロマトグラフィーを用いた成分分画を実施した。*n*-ヘキサンと混合したワコーシル C-300（富士フィルム和光純薬製）60 g を充填したガラス製クロマトカラムへ *n*-ヘキサンに溶解させた固形物 3.3 g を添加し、*n*-ヘキサンと酢酸エチルの混合溶媒（*n*-ヘキサン、酢酸エチル単一を含む）を用いて順次展開した。得られた溶出物を実施例 1 に示す条件で GC/MS 分析したところ、C B T を含む画分として *n*-ヘキサン/酢酸エチル 50:50（図 7）ならびに 40:60（図 8）を確認した。C B T 以外の高級炭化水素類（保持時間 57.4 ~ 68.4 分）は最初の *n*-ヘキサン単一溶媒（図 9）で溶出することがわかった。

【0064】

[実施例 5]

実施例 4 で得た C B T を含む画分（*n*-ヘキサン/酢酸エチル 50:50 および 40:60 溶出物の混合品）から C B T を単離精製するため、以下のように逆相系 HPLC を行った。HPLC（アジレント・テクノロジー製 1260 Infinity）に供するサンプルは Sep-Pak Vac C18（Waters 製）による処理を行い、色素等の共存する低極性成分を除いたものを用いた。処理したサンプル 500 μL を注入した。HPLC は流速 5 mL/min、移動相 Water/MeOH（20/80）とし、カラムは YMC 社製 YMC-Pack ODS-A/S-5 μm/12 nm を用いてイソクラティック溶離を行った。検出器はダイオードアレイ検出器を用い、検出波長は 214 nm とした。そして、214 nm で検出されるシグナルをフラクションコレクターに分画した。

- C B T、
- C B T の標準試料を用いて検出時間を確認したところ、
- C B T は 15.0 min、
- C B T は 20.7 min に検出された。そのため、上記の検出時間に

10

20

30

40

50

対応する各フラクション（図10破線内）を回収し、サンプルを濃縮、乾固し、白色粉末の - C B T、 - C B Tを得た。またGC / M Sによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムから、実施例3で得られる乾固物および上記で得られたC B Tを含む各フラクションのピーク面積値を比較したところ、C B Tの収率は71.5%（ - C B T : 57.6% , - C B T : 13.9%）となり、たばこ膨化工程廃棄物から高効率でC B Tを得られることを確認した。

【0065】

本発明によって、たばこ原料の膨化处理で得た排出固形物から簡便な方法で効率よくC B Tを含む抽出物を製造できることが明らかである。

【0066】

[実施例6] 非燃焼型たばこでの効果確認

実施例3の方法に準じて、アルカロイド類を除去したC B Tを含む乾固物を製造した。当該乾固物のC B T濃度は約99%であった。たばこベースシート刻に対して約100重量ppmの当該乾固物を添加した。得られた加香済シート刻を乾燥し喫煙評価できる加香済シート刻を得た。本加香済シート刻を用いて、非燃焼加熱型香味吸引物品を調製した。当該物品を外部から加熱して喫煙評価を行った。喫煙評価は、十分に訓練された平均年齢が48歳のパネラー5名によって実施した。評価方法は、たばこ香気強度を指標とし、無加香を1点（変化なし）、2点（強い）、3点（非常に強い）とした。評点における平均値の差の検定は両側検定で行った。その結果、たばこ特有のヤニっぽい香りが付与されていることが確認された。

【0067】

[実施例7] 紙巻きたばこでの効果確認

実施例3で得た当該乾固物をたばこ刻に対して約100重量ppmの量で加えた。当該加香済刻を乾燥し喫煙評価できる加香済刻を得た。当該加香済刻を用いた紙巻きたばこを定法によって調製して、実施例6と同じ方法で喫煙評価を行った。その結果、加香済刻の方がたばこ本来の香気がよりよく発現されたことを確認した。

【符号の説明】

【0068】

- 10 加熱装置
- 11 ボディ
- 12 ヒーター
- 13 金属管
- 14 電池ユニット
- 15 制御ユニット
- 16 凹部
- 17 通気穴
- 20 非燃焼加熱型香味吸引物品
- 20A たばこロッド部
- 20B 冷却部
- 20C フィルター部
- 21 たばこ充填物
- 22 巻紙
- 23 紙管
- 24 穿孔
- 25 第1セグメント
- 25a 第1充填層
- 25b インナープラグラッパー
- 26 第2セグメント
- 26a 第2充填層
- 26b インナープラグラッパー

10

20

30

40

50

- 2 7 アウタープラグラッパー
- 2 8 ライニングペーパー
- 3 0 非燃焼非加熱型香味吸引物品
- 3 0 D 電源ユニット
- 3 0 E カートリッジ
- 3 0 F たばこカプセル
- u 非吸口端
- d 吸口端
- 1 1 0 電池
- 2 0 0 エアロゾル源
- 2 1 0 リザーバ
- 2 2 0 霧化部
- 2 3 0 流路形成体
- 2 4 0 外枠体 2 4 0
- 2 5 0 エンドキャップ
- 2 0 0 X 第 1 流路
- 3 0 0 香味源
- 3 1 0 収容体
- 3 2 0 メッシュ体
- 3 3 0 不織布
- 3 4 0 キャップ

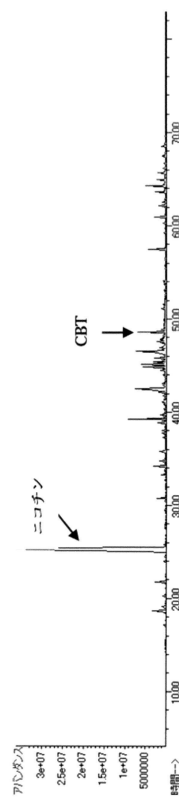
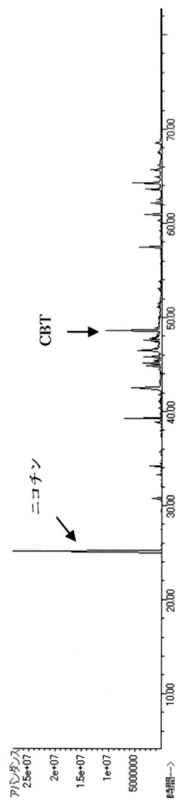
10

20

【図面】

【図 1】

【図 2】

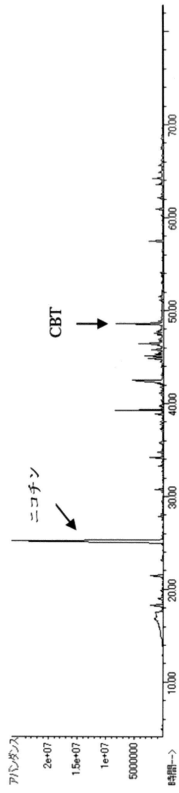


30

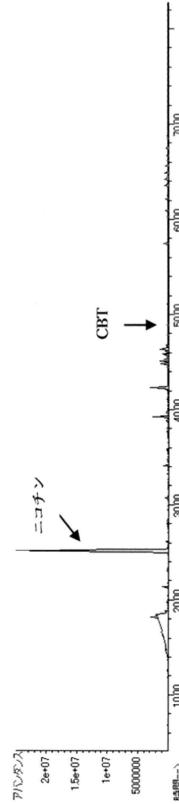
40

50

【 図 3 】



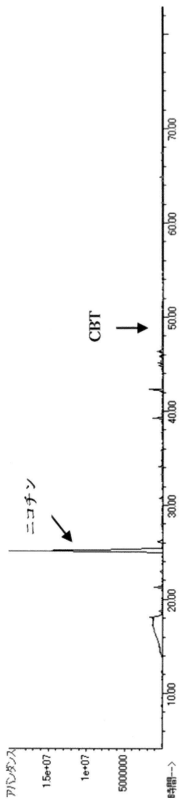
【 図 4 】



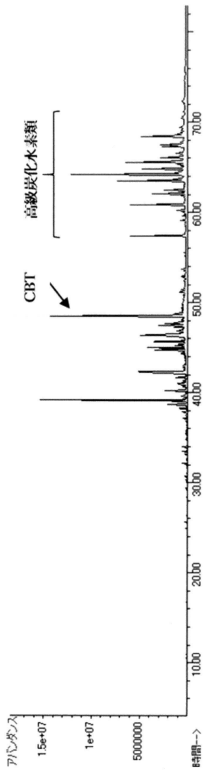
10

20

【 図 5 】



【 図 6 】

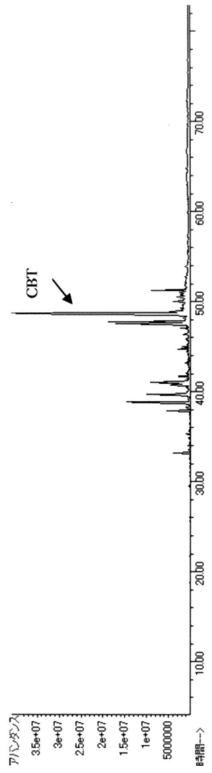


30

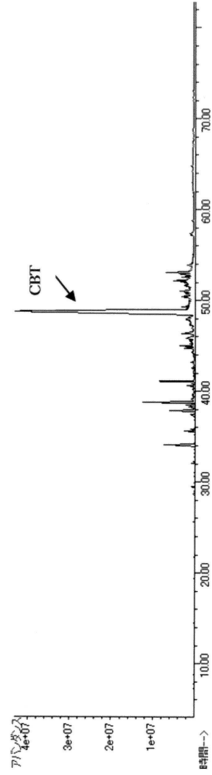
40

50

【 図 7 】



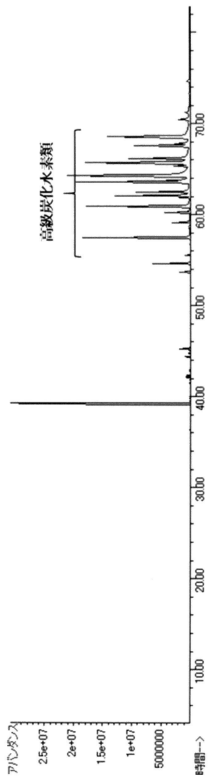
【 図 8 】



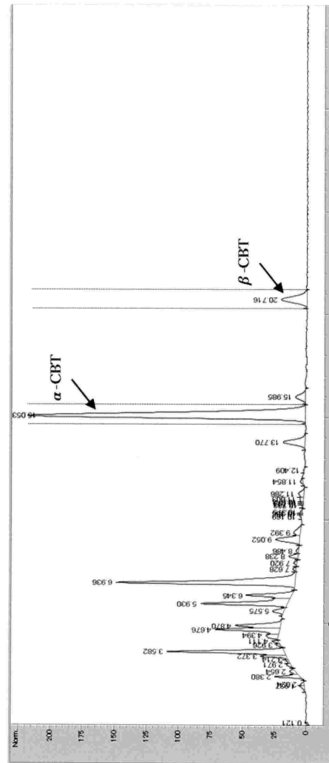
10

20

【 図 9 】



【 図 10 】

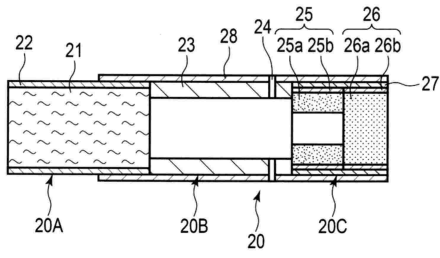


30

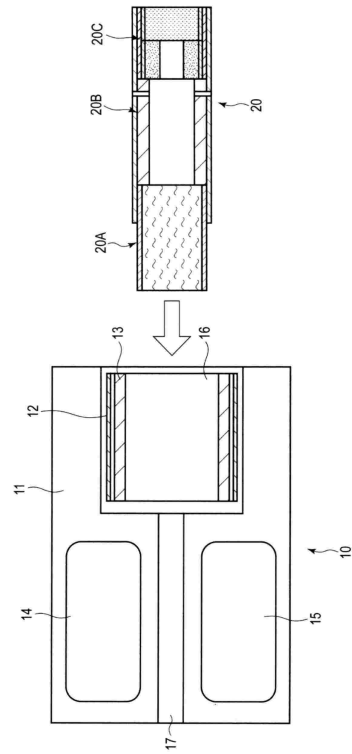
40

50

【 1 1 】



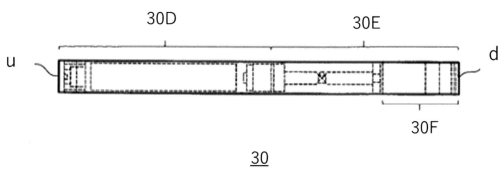
【 1 2 】



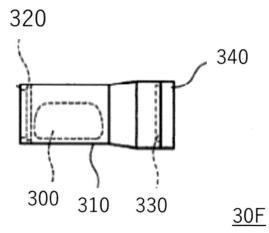
10

20

【 1 3 】



【 1 4 】

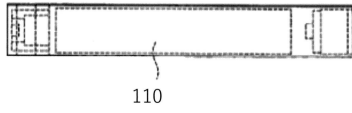


30

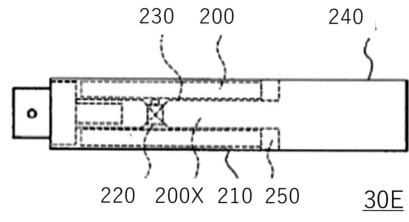
40

50

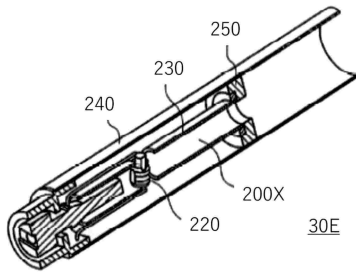
【図15】



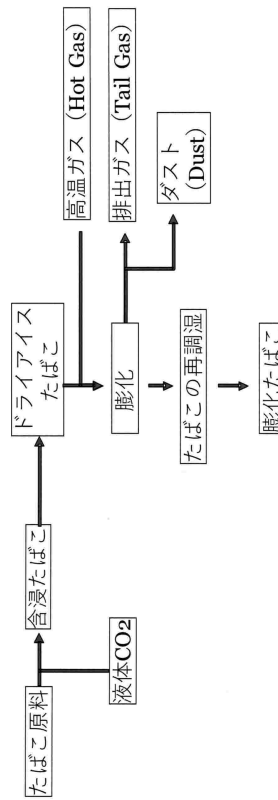
【図16】



【図17】



【図18】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

- 東京都墨田区横川一丁目17番7号 日本たばこ産業株式会社内
(72)発明者 松本 佑一
東京都墨田区横川一丁目17番7号 日本たばこ産業株式会社内
(72)発明者 鶴岡 直哉
東京都墨田区横川一丁目17番7号 日本たばこ産業株式会社内
審査官 根本 徳子
(56)参考文献 特開2018-007687(JP,A)
国際公開第2019/129693(WO,A1)
国際公開第2015/029750(WO,A1)
特表2015-531793(JP,A)
中国特許出願公開第106124648(CN,A)
中国特許出願公開第107912804(CN,A)
国際公開第2018/100688(WO,A1)
(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C07C 29/76、29/86、35/02
A24B 15/167、15/26
A24B 13/00